

Lab. Diergeneesmiddelen 1982-01-25

VERSLAG 82.7 Pr.nr. 202.2010

Onderwerp: Fenbendazol in mengvoeder.

Bijlagen: 3.

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd (3x), direktie VKA, afd.

Normalisatie (Humme), Projektbeheer, afd. diergeneesmid-  
delen (6x), J. Weseman, Mol (VKA), Circulatiemap PVS.



Projekt: Onderzoek monsters diervoeders en grondstoffen i.o.v. AID

Onderwerp: Fenbendazol in mengvoeder

Bijlagen: 3.

---

Doel:

Het kwalitatief en kwantitatief bepalen van fenbendazol in een mengvoeder. (Bij dit onderzoek zal de identificatie van fenbendazol bevestigd moeten worden).

Samenvatting:

Het mengvoederextract is onderzocht m.b.v. TLC, HPLC en IR. Met TLC is fenbendazol kwalitatief aantoonbaar.


Voor identificatie is van het standaard- en monsterextract een IR-spectrum gemaakt m.b.v. een KBr-pyramide. Het spectrum van het monsterextract leverde een positieve identificatie op.

Met behulp van HPLC is een concentratie van 800 mg/kg fenbendazol gevonden.


Conclusie:


Fenbendazol is geïdentificeerd en bepaald in het mengvoeder. Om de detektiengrens, range en de recovery vast te stellen is een blanco gelijkwaardig mengvoeder vereist.

---

Verantwoordelijk: drs F.G. Buizer 

Medewerkers/samenstellers: G.D. van Bruchem, M.A. Visser-Meijer, J.M.

Weseman 

Projectleider: drs F.G. Buizer 

### Inleiding:

Van de AID is een mengvoeder ontvangen dat fenbendazol zou moeten bevatten. Fenbendazol is een breed spectrum-anthelminticum (anti-worm-middel) en wordt op de markt gebracht door de fa. Hoechst. Deze firma heeft ons in staat gesteld het monster te onderzoeken door middel van het verstrekken van informatie en een standaard fenbendazol. Het monster is onderzocht met behulp van de technieken TLC, HPLC en IR.

### Methoden:

De navolgende methoden werden toegepast.

Het monster wordt geëxtraheerd met een mengsel van dichloormethaan-methanol (1:1) (10 g/100 ml).

#### 1. TLC:

Een aliquot van het extract wordt op een aluminiumfolie kieselgel plaat gebracht, samen met standaarden van fenbendazol. Het loopmiddel bestaat uit tolueen-ijsazijn-aceton-water (120:48:16:5). Na elueren wordt de plaat gedroogd en bekeken bij 254 nm.

#### 2. HPLC:

Een aliquot van het extract wordt ingedampt en daarna opgelost in methanol. Het eluens is methanol-water (3:1). Het fenbendazol gehalte wordt bepaald bij een golflengte van 254 nm.

#### 3. IR:

Eerst wordt dezelfde werkwijze toegepast zoals onder 1 (TLC) staat beschreven. Dan worden de monster- en standaardvlek van de plaat gekrabd. Het fenbendazol wordt met behulp van een KBr-pyramide uit het kieselgel geëxtraheerd met dichloormethaan-methanol (1:1). Door van een aliquot van de KBr-pyramide een KBr-plaatje te maken is een IR-spectrum te maken.

### Resultaten

#### 1. TLC:

Door de afwezigheid van een blanco voer, dat geen fenbendazol bevat, is niet vast te stellen of andere verbindingen interfereren.

Wel bleek het monster een vlek te hebben met dezelfde Rf-waarde als de fenbendazolstandaard (bijlage 1).

## 2. HPLC:

Door gebruik te maken van twee golflengten (254 nm en 289 nm) bleek de verhouding standaard-monster fenbendazoloppervlakte nagenoeg gelijk (resp. 1,68 en 1,64). Hierdoor lijkt het onwaarschijnlijk dat interferentie is opgetreden. De kwantitatieve HPLC methode leverde een gehalte op van 800 mg/kg. De later uitgevoerde recovery proef leverde een recovery op van 110% bij een monstergehalte van 762 mg/kg (bijlage 2 standaard en monster bij 254 nm en 289 nm).

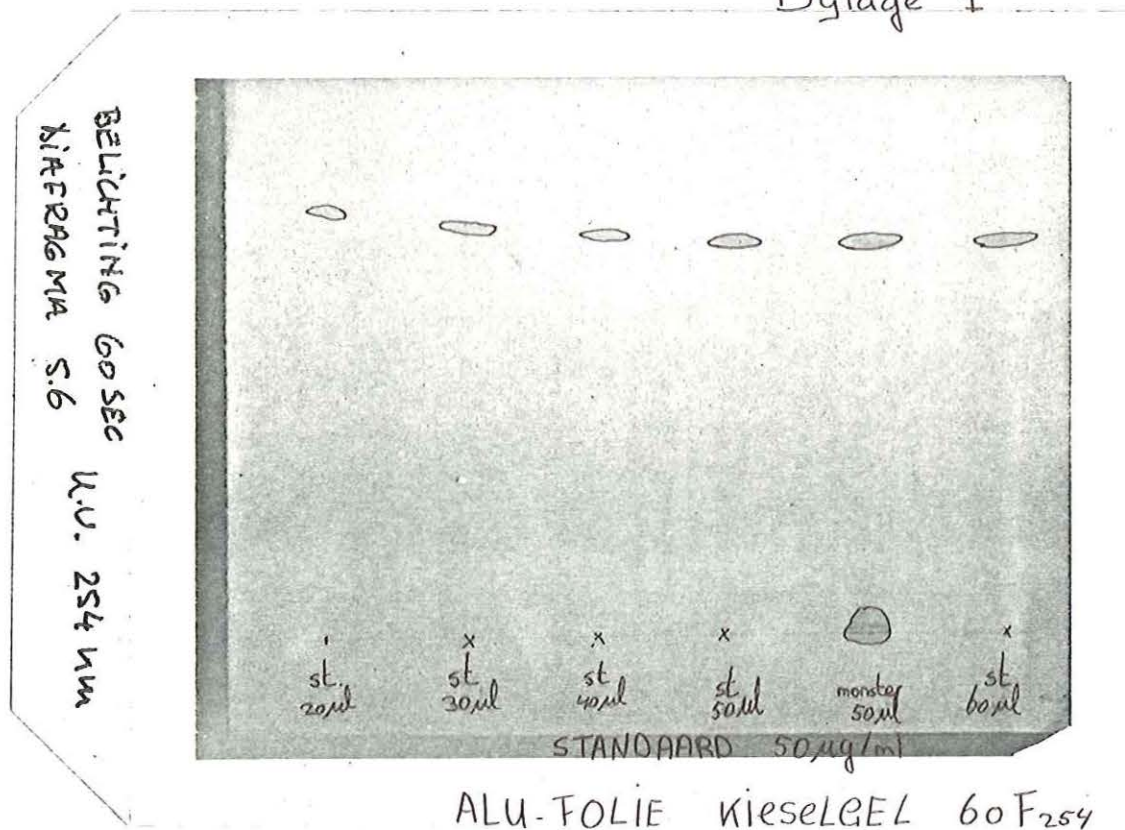
## 3. IR:

De spectra van standaard (met KBr en met KBr-pyramide) en monster (KBr-pyramide) kwamen goed overeen, zodat fenbendazol in het monster is geïdentificeerd (bijlage 3).

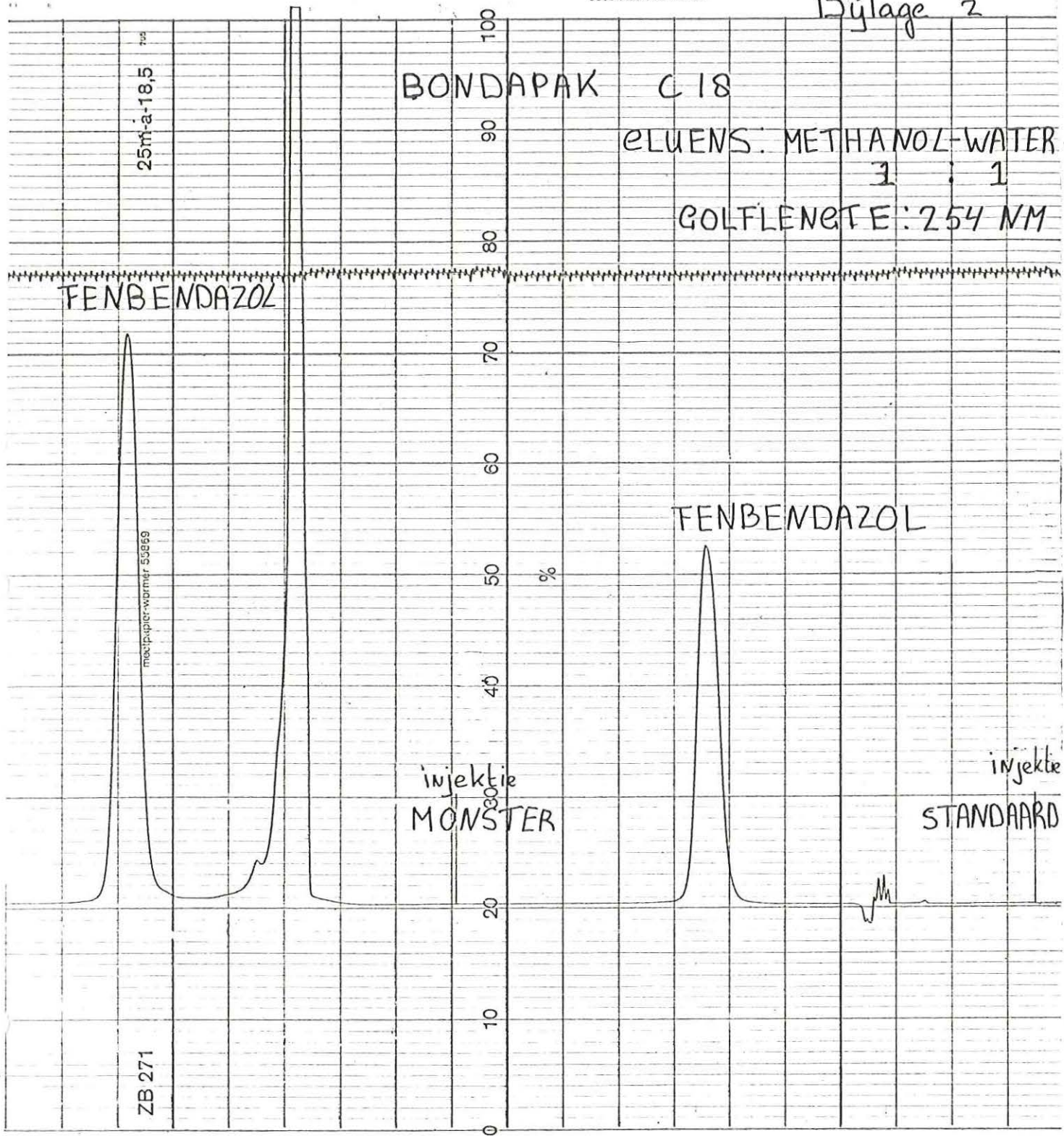
## Conclusie:

Fenbendazol is geïdentificeerd en bepaald in het mengvoeder. Om de detektiegrens, range en de recovery vast te stellen is een blanco gelijkwaardig mengvoeder vereist.

# Bijlage 1

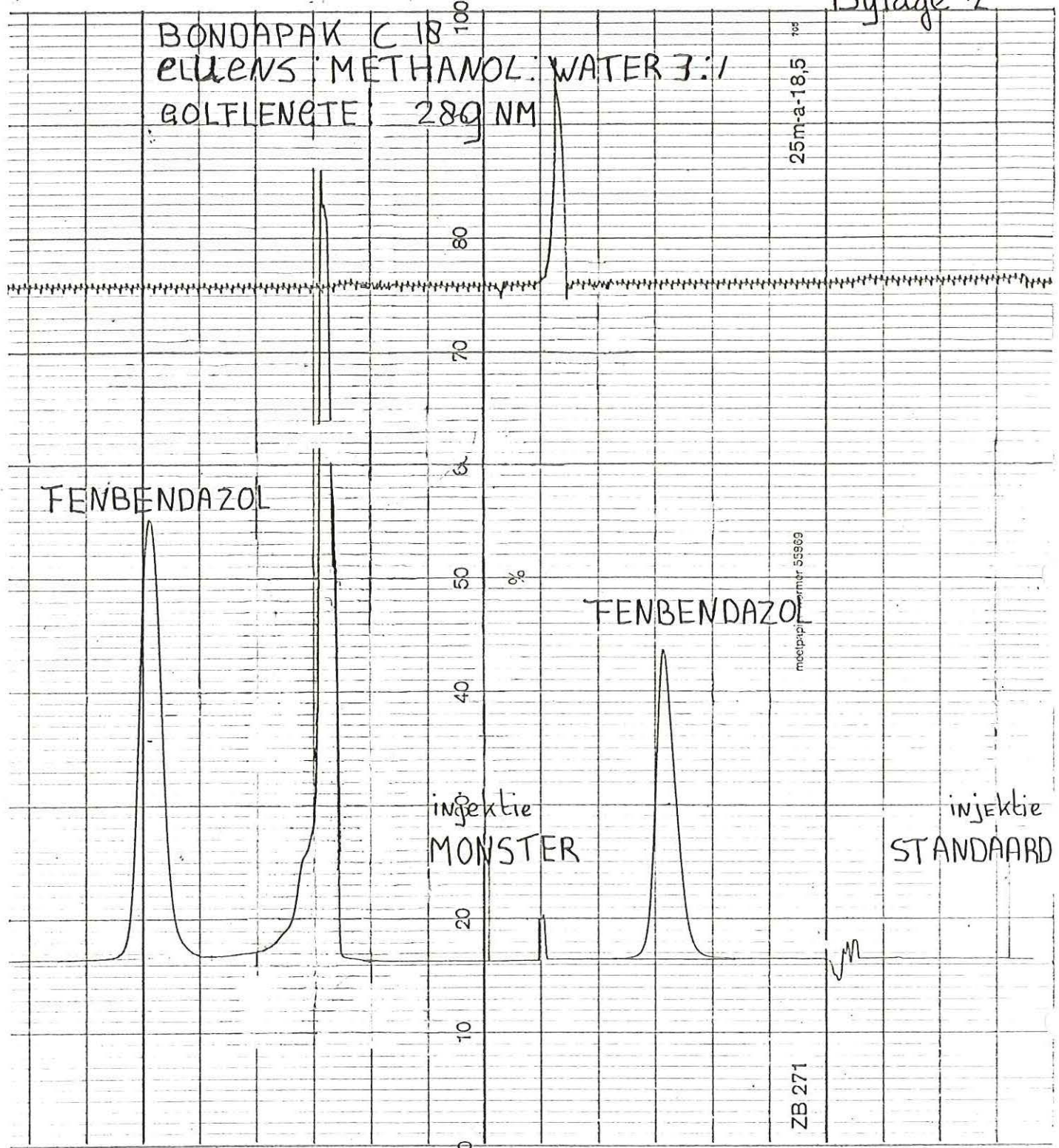






BONDAPAK C 18<sup>80</sup>  
ELUENS METHANOL: WATER 3:1  
BOFLLENETE 280 NM

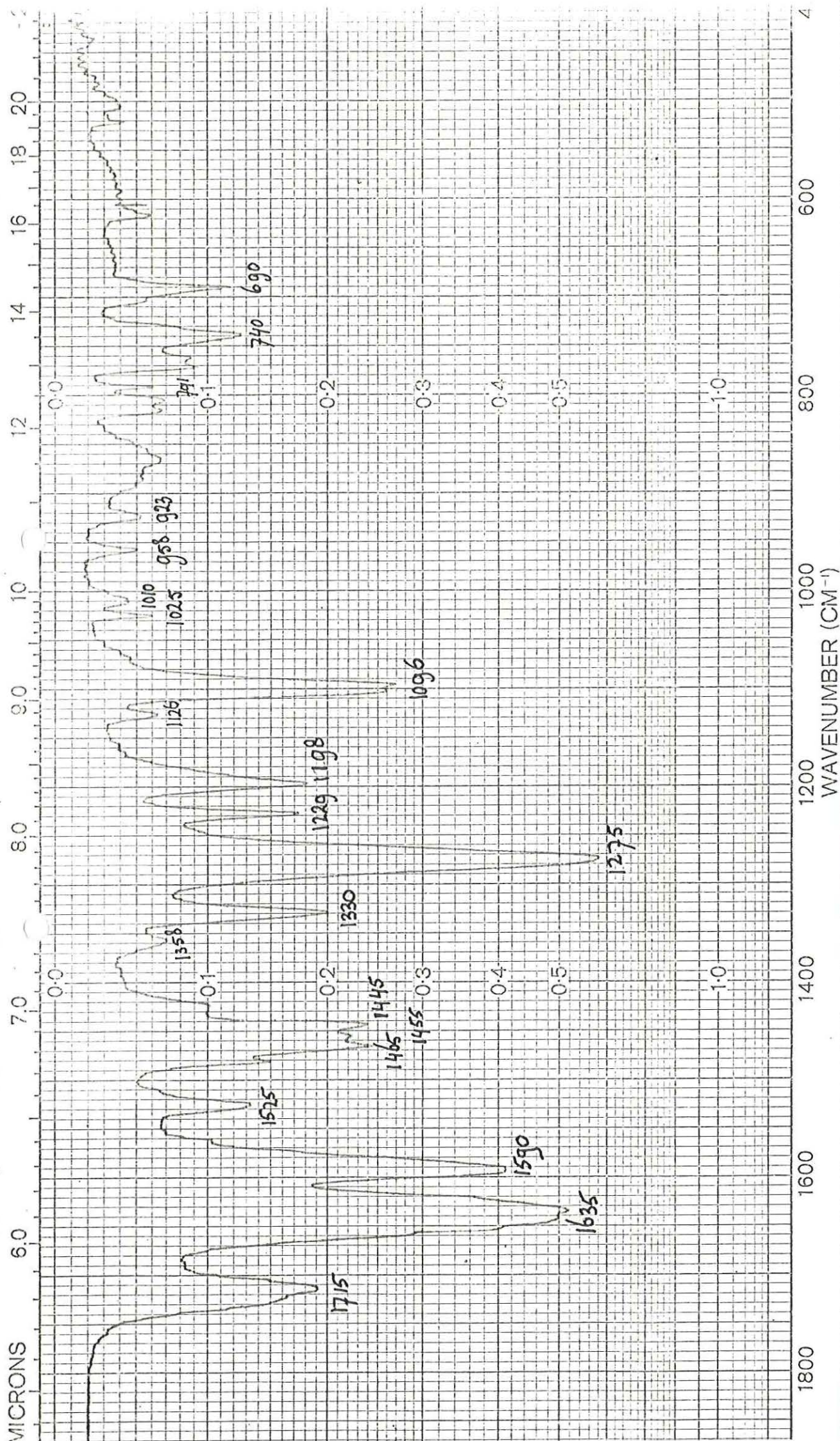
25m-a-18,5



meepip: mercur 55969

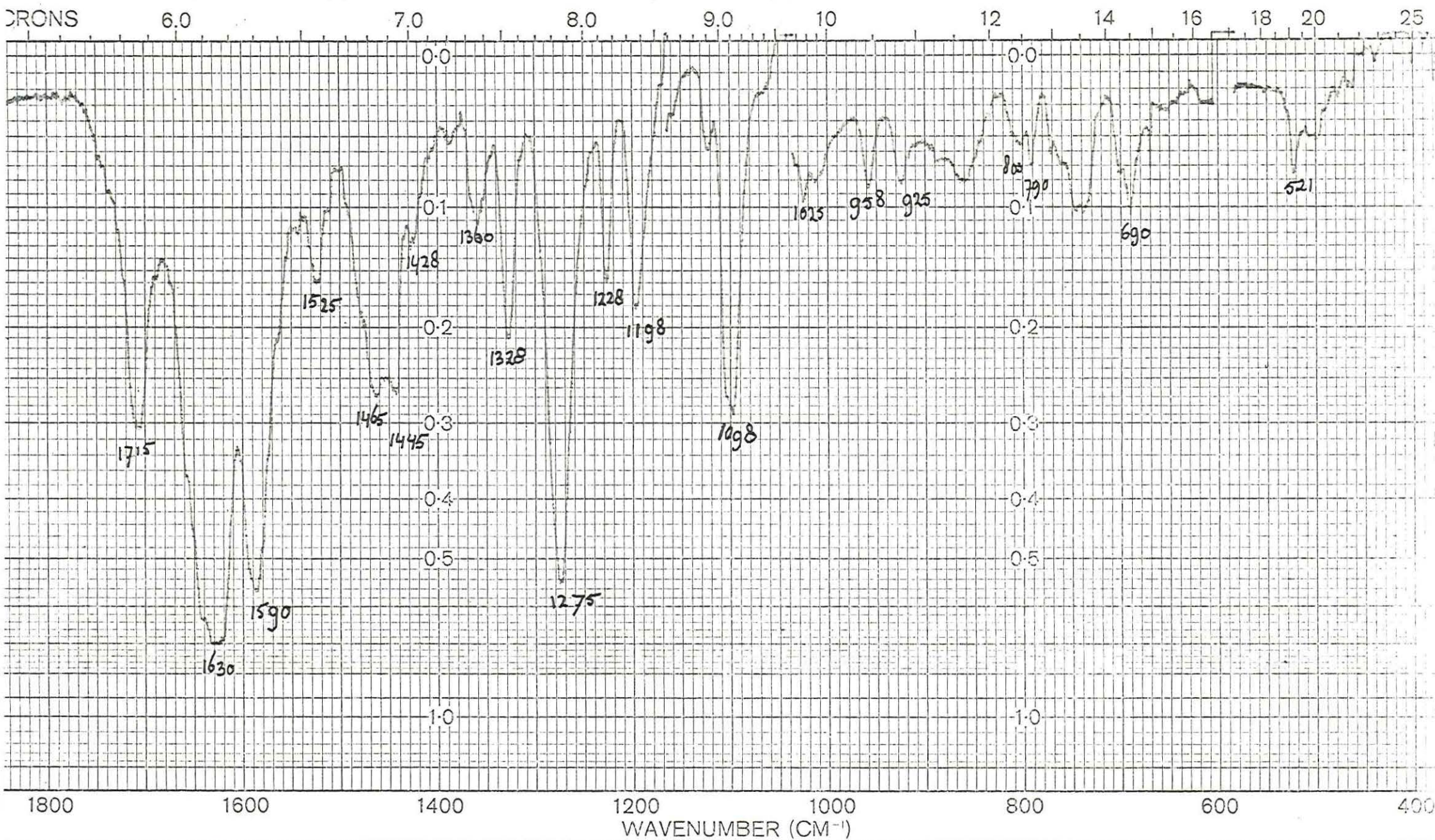
ZB 271





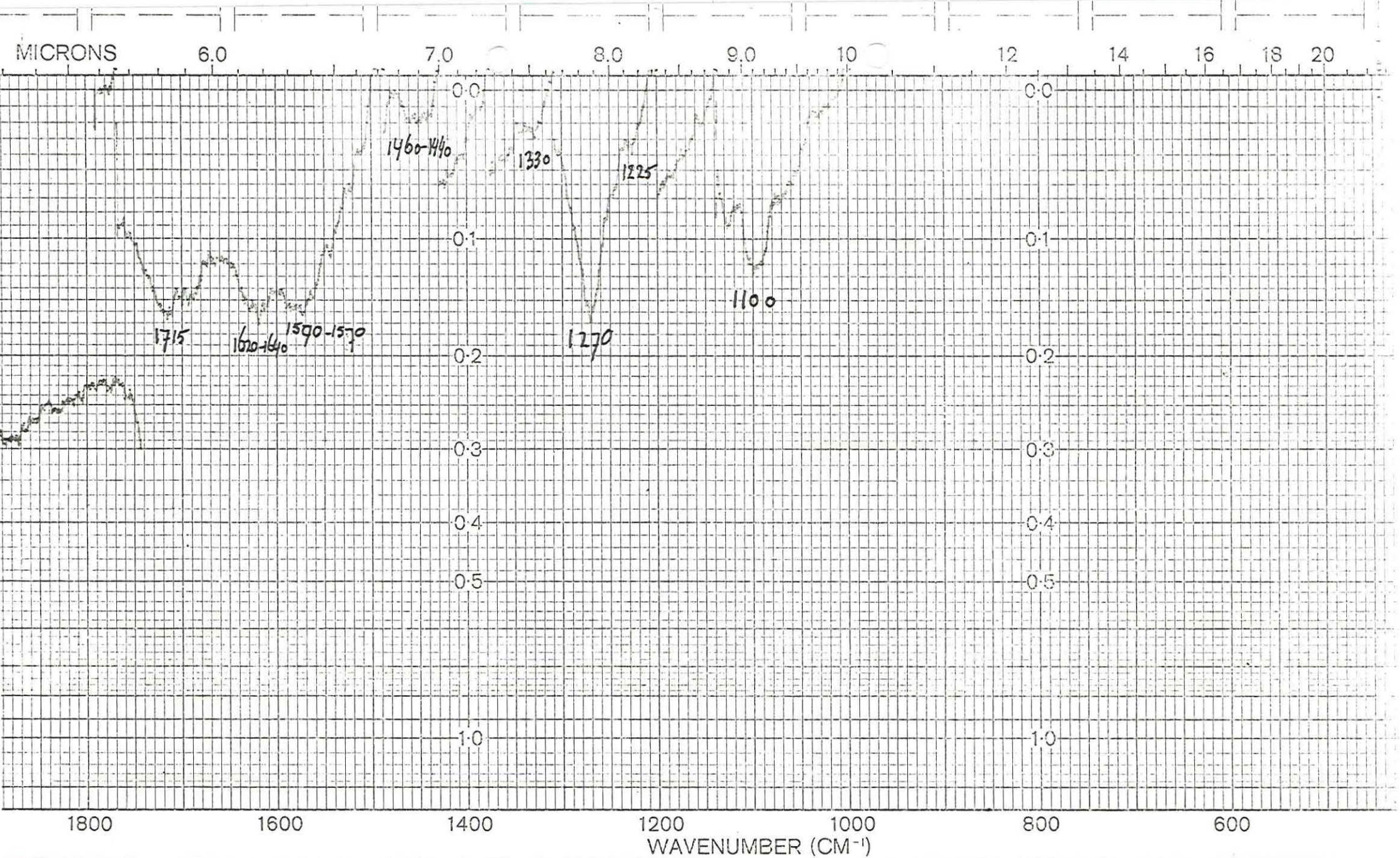
Bijlage 3	REMARKS	<chem>c1ccc(cc1)-c2ccc(cc2)N(C)C(=O)O</chem> mp. 233°C oplosbaar in ysazijn, DMSO. Opod. in water		SCAN SPEED <u>1m</u>	OPERATOR <u>J.W.</u>
				SLIT <u>11</u>	DATE <u>19-01-8</u>
				PERKIN-ELMER PART No. 457-5133	REF. No. _____





Bijlage 3	REMARKS <i>standaard (poeder)</i> <i>met behulp van KBr-omarmide</i>	SCAN SPEED <i>m</i>	OPERATOR <i>J. We</i>
		SLIT <i>n</i>	DATE <i>1982-01-</i>
		PERKIN-ELMER PART No. 457-5133	
		REF. No. _____	





REMARKS standaard op TLC-plaat gebracht  
 spectrum m.b.v. KBr-pyramide

SCAN SPEED \_\_\_\_\_

SLIT \_\_\_\_\_

PERKIN-ELMER  
 PART No. 457-5133

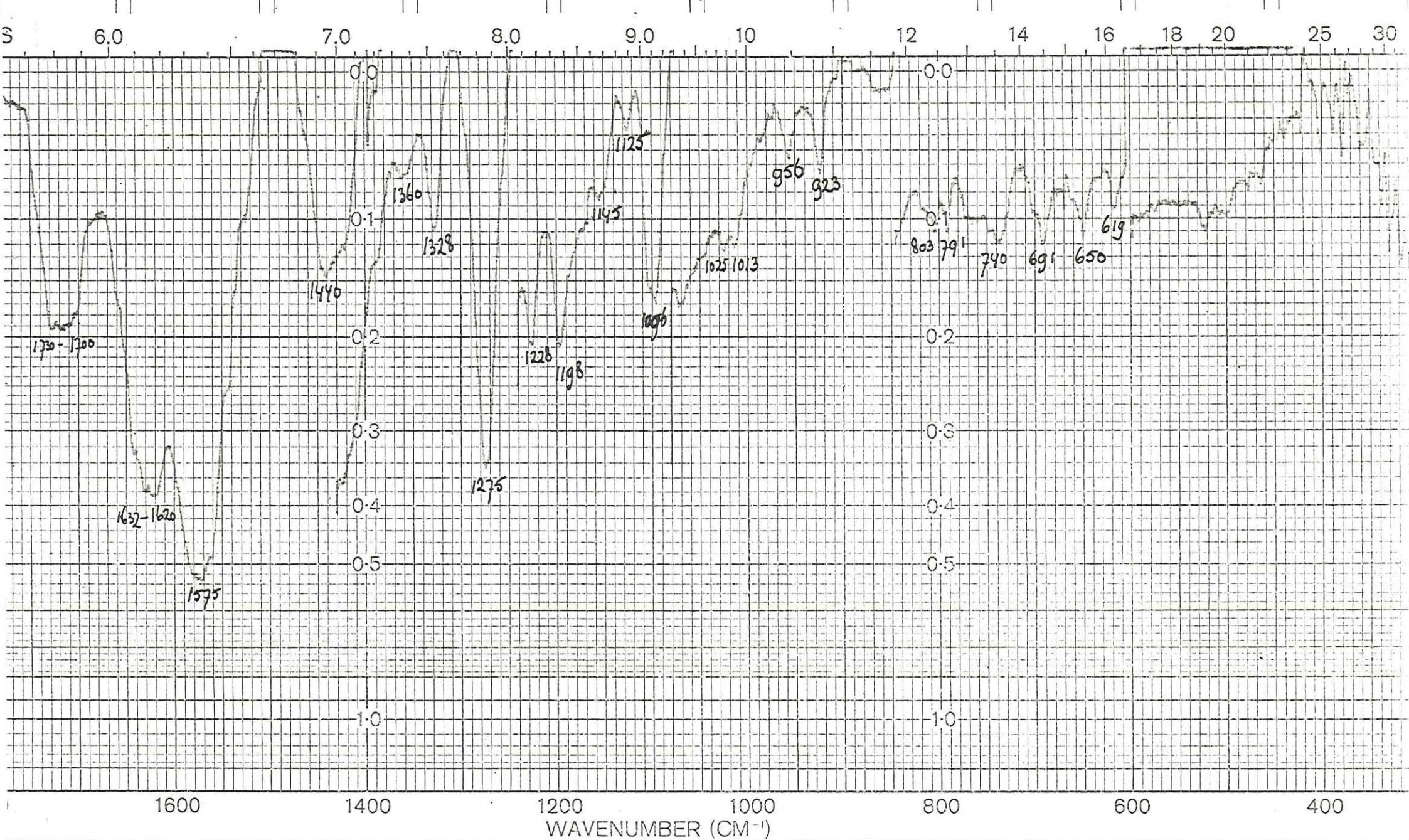
OPERATOR J.V.

DATE 19

REF. No. \_\_\_\_\_

Bijlage 3





REMARKS

monster NR. 27271

SCAN SPEED m

OPERATOR J. Wesema

SLIT n

DATE 1982-01-20

PERKIN-ELMER

Part No. 457-5133

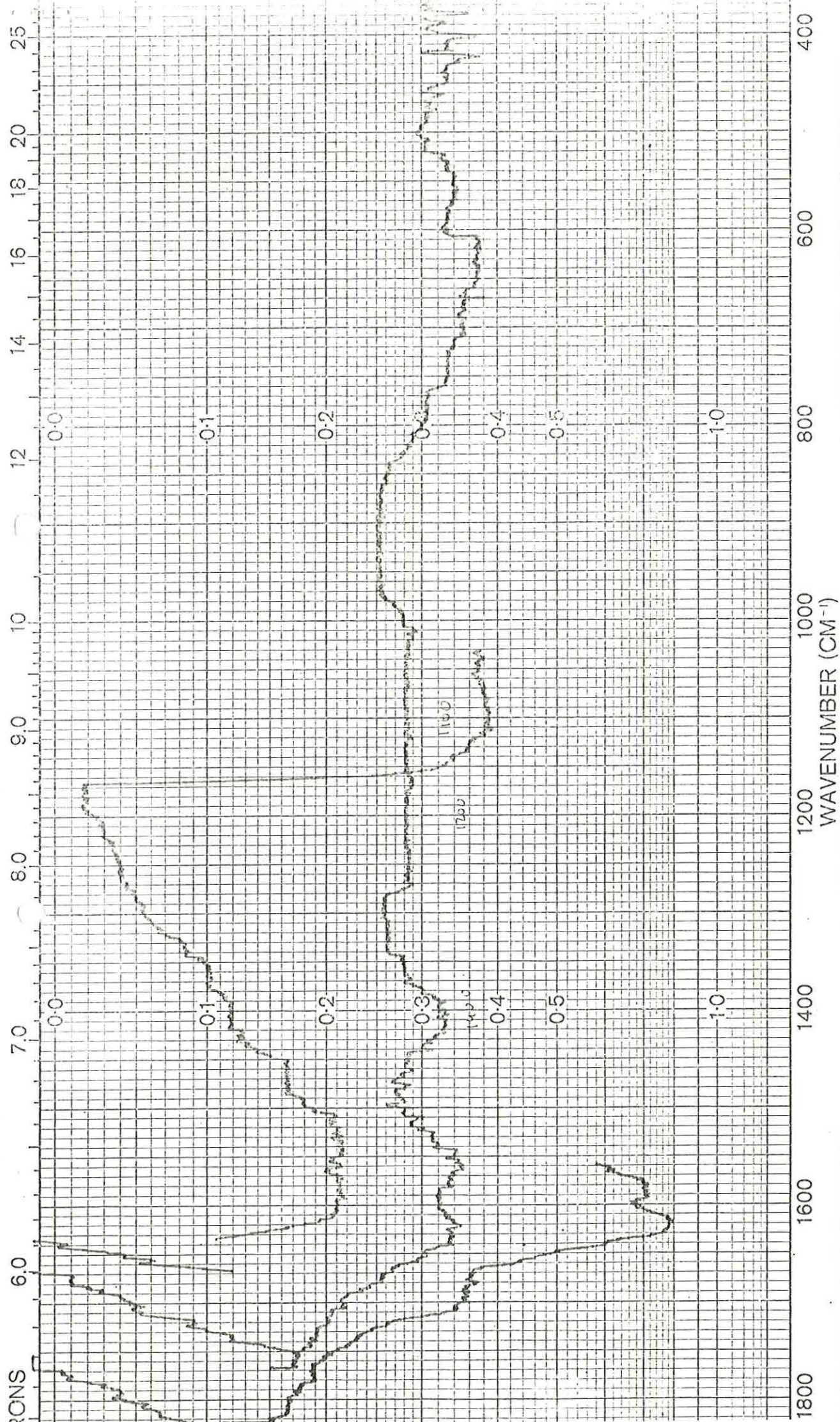
REF. No. \_\_\_\_\_

Bijlage 3

b.c.

KBr-pyramide





REMARKS citraat van TLG-plate van een blanco plate (wel in contact geweest met looibestof) spektrum m.b.v. KBr-pyramide	SCAN SPEED _____	OPERATOR _____
	SLIT _____	DATE _____
PERKIN-ELMER PART No. 457-5133		REF. No. _____

